

## EFFECTO DEL PROCESADO DEL MATERIAL SOBRE LA VELOCIDAD DE LAS ONDAS Y SUS CONSECUENCIAS EN LA INSPECCIÓN POR ULTRASONIDOS

EFFECT OF THE MATERIAL PROCESSING ON THE WAVE SPEEDS AND THEIR EFFECTS ON THE ULTRASONIC INSPECTION

**J. Llumà<sup>1</sup>, A. Roca<sup>2</sup>, J. Jorba<sup>1</sup>, N. Llorca-Isern<sup>2</sup>, J Solà-Saracibar<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Dep. de Ciència de Mat. i Eng. Metal., EUETIB. Universitat Politècnica de Catalunya.

<sup>2</sup>Dep. de Ciència de Mat. i Eng. Metal., Facultat de Química, Universitat de Barcelona.

### Resumen

La medida de la velocidad de propagación de las ondas ultrasónicas es una técnica precisa y bien establecida. A menudo esta fiabilidad la hace útil para la inspección asumiendo que estas velocidades son constantes para cada material, pero estas velocidades pueden variar por diversos motivos.

En el presente trabajo se reporta la variación de la velocidad de los ultrasonidos en dos procesos de producción con deformación plástica severa: la molienda mecánica y sinterización en tibio bajo presión (BM+ST) y la extrusión en canal angular (ECAP).

La BM+ST se ha aplicado a polvo de hierro puro obteniéndose compactos nanocristalinos con porosidades entre el 1 y 8%, sin anisotropías notables. En este caso existe una variación las velocidades de transmisión de hasta el 5%. La variación es similar en las ondas longitudinales y transversales.

La ECAP se ha aplicado a una barra de cobre puro obteniéndose barras con material nanocristalino, no poroso pero con texturas fuertemente cambiantes. En estas muestras el comportamiento de las ondas longitudinales y transversales es notablemente distinto. La variación total de la velocidad de las primeras llega al 6%, pero el de las segundas al doble (15%). Además, la mayoría de muestras presenta birrefringencia de las ondas transversales.

**Palabras clave:** *Procesos de deformación, inspección por ultrasonidos, material nanocristalino, hierro, cobre*

### Abstract

The measurement of propagation speed of ultrasonic waves is a precise and well-established technique. Often this reliability makes it useful for NDT assuming that these speeds are constant for each material, but they can vary for several reasons.

In this work we report the speed change of ultrasonic waves in two materials produced by severe plastic deformation: mechanical milling and warm sintering under pressure (BM + ST) and Equal Channel Angular Pressing (ECAP).

The BM+ST process was applied to pure iron powder obtaining nanocrystalline compacts with porosities between 1 and 8%, without significant anisotropies. In this case there is a change in the transmission velocities more than 5%. The variation is similar in longitudinal and shear waves.

The ECAP has been applied to a pure copper bar obtaining non-porous bars of nanocrystalline material, with strongly changing textures. In these samples the behaviour of longitudinal and shear waves is significantly different. The total change in the velocity of the first waves is less than 6%, but the change in transversal waves is twice (15%). Moreover, most samples presented birefringence of shear waves.

**Keywords:** *Deformation processes, ultrasonic inspection, nanocrystalline material, iron, copper.*

## 1. INTRODUCCIÓN

Desde los años 70 hay un notable uso de las ondas sonoras en la inspección no destructiva, tanto para usos industriales (ultrasonidos y ecolocalización) como para usos médicos (ecografía) [1]. La mayoría de estas técnicas miden el tiempo de propagación de las ondas dentro del material y calculan la posición de la interfase (defecto, cambio de material o tejido) a partir de la velocidad de propagación de éstas.

El notable auge de las técnicas de análisis no destructivo, por el ahorro de costos asociado, ha impulsado su paulatina introducción en nuevos sectores y en nuevos materiales. Los nuevos materiales, tanto los compuestos como los nanoestructurados, ofrecen una notable mejora en las propiedades químicas, eléctricas, magnéticas, ópticas y mecánicas.

En los materiales compuestos esta mejora suele ir asociada a una o varias direcciones dentro del material siendo, por lo general, su comportamiento peor en el resto de casos. Es decir, la mejora de propiedades en los compuestos se debe a la introducción de un comportamiento anisótropo y a la correcta alineación de esta anisotropía.

Por otro lado, la nanoestructuración de aleaciones metálicas se ha llevado a cabo por diferentes procesos, entre ellos la molienda mecánica y los procesos de ECAP (extrusión en canal angular). En ambos casos, las aleaciones son sometidas a una severa deformación plástica mediante procesos de trabajo en frío, que conlleva una notable reducción del tamaño de grano hasta la escala nanométrica. Estos procesos inducen otros efectos en el material, como la microporosidad en los compactos obtenidos por molienda mecánica o una fuerte texturización en los obtenidos por ECAP.

Como ya es sabido desde hace tiempo, la anisotropía y la porosidad afectan a la velocidad de propagación de las ondas [2], pero su efecto puede verse notablemente aumentado en este tipo de materiales, aunque se presenten en forma de sólido policristalino.

## 2. MATERIALES

### 2.1 Compactos de hierro

Los compactos de hierro se han obtenido, partiendo de polvo de alta pureza, con morfología irregular y tamaño de partícula entre 75 y 160  $\mu\text{m}$  y una adición del 0.8% de etilen-bis-estearamida, para prevenir la adherencia del polvo a las paredes del recipiente de molturación. La mezcla se introdujo en recipientes de acero inoxidable 1.4305 junto con bolas de 10 mm de diámetro de acero templado 1.3505, con una relación de peso bolas-polvo de 27 a 1. Los recipientes se purgaron con una corriente de Ar para prevenir oxidaciones y la molienda se realizó en un molino planetario Pulverisette 5 a 160 rpm durante 60 h (en intervalos de 30 min de molienda y 30 de descanso para prevenir calentamientos). El polvo obtenido presenta la morfología mostrada en la Fig. 1a con la distribución de tamaños de la Fig. 1b y una dureza de 800 HV [3]

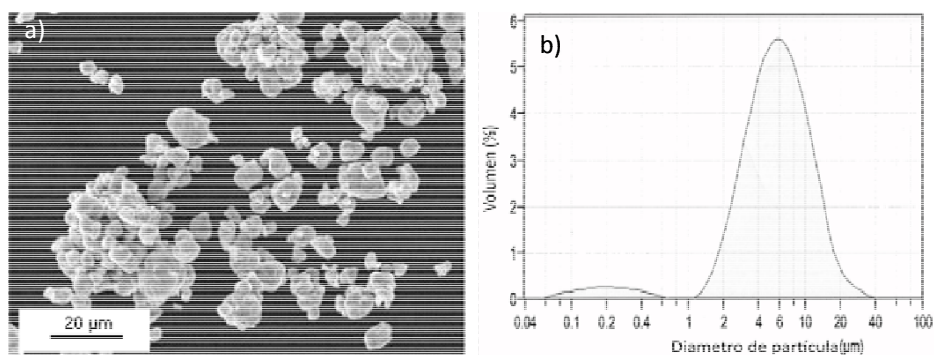


Fig. 1. Morfología (a) y distribución de tamaños (b) del polvo de hierro molido.

Los polvos fueron compactados en frío en una matriz cilíndrica de 9.2 mm de diámetro a la presión indicada en la tabla 1 y posteriormente consolidados en tibio en las condiciones indicadas en la misma tabla [4].

Después de realizar todas las medidas de densidad y velocidad de las ondas, la muestra 4 fue tratada térmicamente durante 30 min a 775  $^{\circ}\text{C}$  para eliminar la nanoestructuración y aumentar su tamaño de grano cristalino hasta 0.9  $\mu\text{m}$ . Esta muestra tratada se designa como 4P y en ella se repiten todas las mediciones.

Tabla 1. Condiciones de compactación del polvo de hierro.

Muestra	Compactación en frío	Consolidación en tibio		Tamaño de grano (nm)
	Presión (MPa)	Presión (MPa)	Temperatura (°C)	
1	1300	850	500	---
2	1100	850	425	30
3	1100	850	425	30
4	1300	850	460	50

## 2.2 Barras de cobre

Las muestras de cobre se obtuvieron a partir de barras de cobre comercialmente puro (99.98%) estiradas en frío. Éstas fueron recocidas durante 2 h a 600 °C, obteniéndose un tamaño de grano de 60  $\mu\text{m}$  y una dureza de 65 HV. Seguidamente se mecanizaron para obtener cilindros de 10 mm de diámetro y 80 mm de longitud.

Los cilindros se procesaron mediante un proceso ECAP (Equal Channel Angular Pressing, extrusión en canal angular), en una matriz con los dos canales de igual sección y formando un ángulo ( $\Phi$ ) de 90° entre ellos (ver Fig. 2).

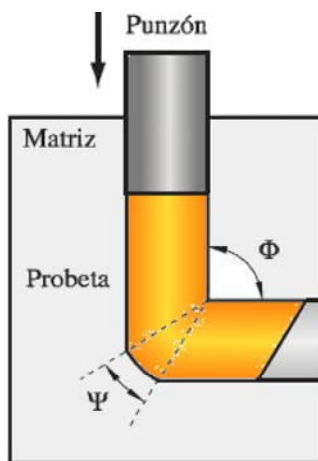


Fig. 2. Esquema de un proceso ECAP.

El procesamiento se realizó a temperatura ambiente por la ruta B<sub>C</sub>, es decir, girando la muestra 90° sobre su eje en el mismo sentido entre cada paso sucesivo a través de la matriz. El procesamiento no provocó cambios significativos en las dimensiones de las muestras [5].

Este tipo de matriz produce una deformación aproximada del 100% en cada pasada. Aunque la principal reducción de la medida de grano se produce durante la primera pasada por la matriz, las subsiguientes pasadas lo siguen refinando (como se puede

observar en la Fig. 3) y mejoran las propiedades mecánicas del material. Después de diversas pasadas, una gran parte del material tiene estructura nanocristalina con fronteras de grano de ángulo superior a  $15^\circ$ .

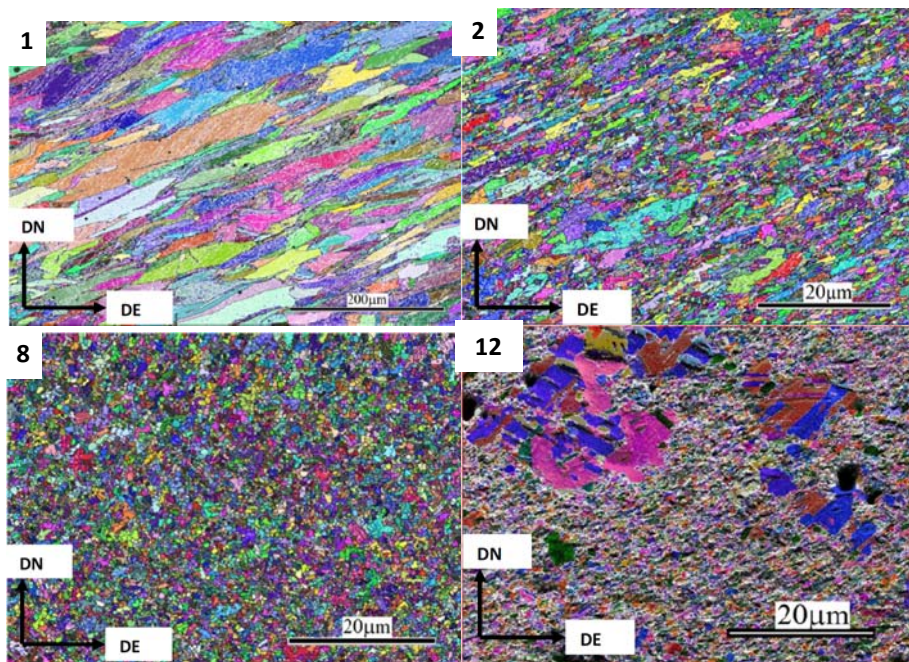


Fig. 3. Evolución de la microestructura del Cu en función del número de pasadas en el ECAP. Se especifica la dirección de extrusión (DE) y normal al plano basal de la matriz (DN). [6][7][8]

### 3. MÉTODO

Sobre cada muestra se han medido un mínimo de 5 veces el grosor con un micrómetro digital de  $1\text{ }\mu\text{m}$  precisión y se ha obtenido el valor medio y su error.

La velocidad del sonido en las muestras se midió mediante la técnica pulso-eco. El pulso se ha emitido y amplificado en un generador Panametrics 5900PR y fue digitalizado y visualizado por un osciloscopio Hameg HM1508 trabajando a una velocidad de muestreo de 1 GHz.

Con el fin de optimizar la resolución temporal, se utilizaron transductores con un tren de ondas corto y un ancho de banda fuertemente atenuado. Para las ondas longitudinales se empleó un transductor Panametrics V110-RM y para las transversales un Panametrics V156-RM que genera ondas linealmente polarizadas. Ambos tienen un diámetro de 6 mm y una frecuencia característica de 5 MHz [9].

En cada probeta, se han generado pulsos de ultrasonidos longitudinales y transversales. Se han medido los tiempos de vuelo y los de sus rebotes medibles, con un mínimo de 3 rebotes y un máximo de 10. Para determinar el tiempo de vuelo de un tren de ondas se ha tomado como punto de referencia el valor del primer mínimo del tren y se ha determinado con una precisión de 1 ns.

En las muestras de Cu (con anisotropía) se han medido las ondas transversales en las 2 direcciones propias de las polarizaciones. En todos los casos ambas direcciones eran perpendiculares entre sí.

Se ha calculado la velocidad de las ondas longitudinales y transversales como la pendiente de la respectiva recta de regresión entre los tiempos de vuelo de cada tren (x) y la longitud recorrida (y). Se ha exigido que los coeficientes de correlación  $r$  sean superiores a 0.99999 [10].

La porosidad de los compactos de hierro se estimó a partir de la medida de su densidad. Ésta se determinó mediante pignometría de helio, tomándose como valor la media de no menos de 12 determinaciones.

Todos los errores se estimaron con un 95% de intervalo de confianza.

## 4. RESULTADOS

### 4.1 Compactos de hierro

Los valores obtenidos se muestran en la Tabla 2. La porosidad se ha obtenido asumiendo una densidad para el hierro puro de  $7.87 \text{ g/cm}^3$ .

Tabla 2. Valores de densidad y velocidad de las ondas de los compactos de hierro.

Muestra	Densidad ( $\text{g/cm}^3$ )		Porosidad (%)		C <sub>longitudinal</sub> (m/s)		C <sub>transversal</sub> (m/s)	
	Valor	Error	Valor	Error	Valor	Error	Valor	Error
1	7.720	0.013	1.90	0.16	5968	11	3227	3
2	7.248	0.007	7.91	0.09	5643	20	3061	5
3	7.500	0.006	4.71	0.08	5897	60	3158	3
4	7.593	0.009	3.53	0.11	5952	35	3215	10
4P	7.593	0.009	3.53	0.11	5942	7	3205	1

En la Fig. 4 se puede ver la evolución de la velocidad normalizada de las ondas frente a la porosidad de la muestra, tomando como valores de referencia  $C_{\text{longitudinal}} = 5960 \text{ m/s}$  y  $C_{\text{transversal}} = 3240 \text{ m/s}$ . Las líneas de la figura muestran los ajustes parabólicos sobre esta variación. En la gráfica se aprecia claramente la reducción de la velocidad de las ondas conforme aumenta la porosidad. También se observa que el efecto sobre ambos tipos de ondas es similar.

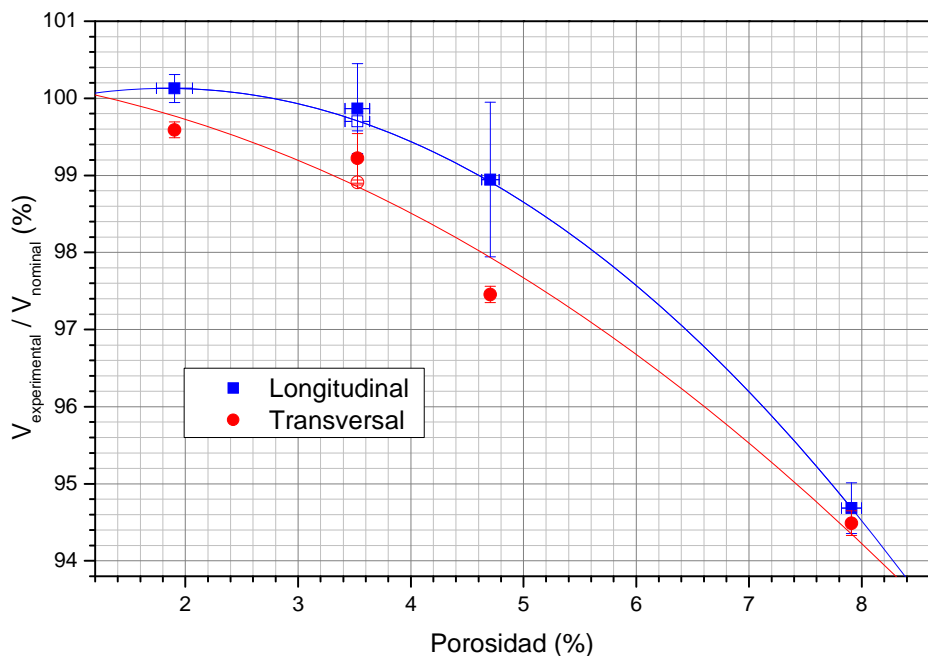


Fig. 4. Evolución de la velocidad normalizada de las ondas con la porosidad.

La muestra recocida se muestra con el símbolo hueco.

Las muestra 4 y 4P (muestra 4 recocida) presentan una velocidad de las ondas muy similar, aunque su tamaño de grano es notablemente diferente (50 y 900 nm respectivamente).

#### 4.2 Barras de cobre

Los valores de las velocidades de las ondas obtenidas en muestras con diversas pasadas por la matriz de ECAP se muestran en la Tabla 3.

En la Fig. 5 se muestran las velocidades normalizadas (en porcentaje) para cada tipo de onda frente al número de pasadas por la matriz. Como puede observarse la variación que experimentan las ondas transversales (15%) es mucho mayor que el presentado por las longitudinales (6%).

Tabla 3. Valores de velocidad de las ondas de las barras de cobre.

Pasadas ECAP	C longitudinal (m/s)		C transversal (m/s)		C transversal (m/s)	
	Valor	Error	Valor	Error	Valor	Error
0	4848	6	2348	10	2348	10
1	4940	37	2157	200	2239	8
2	4765	12	2137	8	2326	56
3	4725	6	2151	114	2400	15
4	4807	8	2094	2	2330	2
5	4743	33	2365	4	2365	4
6	4814	8	2365	26	2032	9
7	4808	12	2425	6	2087	17
8	4827	2	2200	15	2200	15
12	5136	25	2010	65	2407	87
16	4835	14	2173	3	2457	15

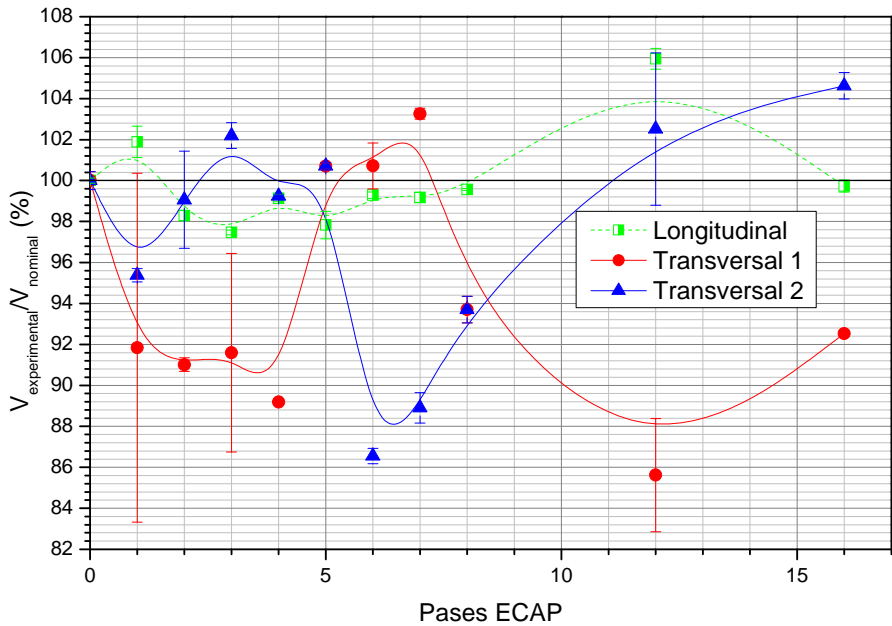


Fig. 5. Relación de velocidad de las ondas respecto a la de la muestra original.  
Las curvas corresponden a líneas guía.

También se puede ver que el signo de las variaciones de las ondas transversales tiende a ser opuesto, de manera que cuando una de las velocidades aumenta, la otra disminuye.



Finalmente es de destacar que para ciertos números de pasadas (5 y 8), la velocidad de las dos ondas transversales coincide. Este fenómeno concuerda con una fuerte reducción de la textura de esas barras de cobre. De hecho parece que haber una relación entre la discrepancia de las velocidades de las ondas transversales y la textura medida por otras técnicas (resultados por publicar).

## **5. CONCLUSIONES**

El procesado de los materiales tiene influencia sobre el tamaño de grano, porosidad y textura. La porosidad y la textura inducen fuertes variaciones de la velocidad de las ondas ultrasónicas que deben ser tenidas en cuenta para la correcta interpretación de los resultados de inspección no destructiva. El tamaño de grano no parece mostrar una influencia tan notable.

Estos efectos son especialmente importantes en los materiales nanoestructurados, donde las distorsiones de la red cristalina son intensas y las variaciones de la velocidad pueden llegar al 15 %.

## **AGRADECIMIENTOS**

Los autores desean agradecer el soporte económico del Gobierno de España a través de la CICYT en los proyectos MAT2008-06793-C02-C01 y MAT2008-06793-C02-C02.

## **6. REFERENCIAS**

- [1] J. Krautkrämer, H. Krautkrämer "Ultrasonic testing of materials", Springer-Verlag, Berlin, ISBN 9780046200015, 1969.
- [2] H.F. Pollard "Sound waves in solids", Pion Limited, London, ISBN 9780850860535, 1977.
- [3] J. Llumà, J.A. Benito, A. Roca, J.M. Cabrera and J.M. Prado: Mater. Sci. Forum, 2006, 503-504, 1007-1012.
- [4] A. López, E. Arias, J.A. Benito, J.A., A. Roca, J.M. Cabrera, J.M. Prado, „VIII Congreso Nacional de Materiales“, Universitat Politècnica de València, ISBN 84-9705-594-2, 359-364, 2004.
- [5] N. Lugo, N. Llorca, J.M. Cabrera and Z. Horita: Mat. Sci. Eng. A., 2008, 477, 366-371.
- [6] A. Tidu, F. Wagner, W.H. Huang, P.W. Kao, C.P. Chang and T. Grosdidier: J. Phys. IV, 2000, 10, 211-217.
- [7] S. Li, I.J. Beyerlein, C.T. Necker, D.J. Alexander and M. Bourke: Acta Mater., 2004, 52, 4859-4875.

- [8] T. Grosdidier, J.-J. Fundenberger, D. Goran, E. Bouzy, S. Suwas, W. Skrotzki and L.S. Toth: Scripta Mater., 2008, 59, 1087-1090.
- [9] Panametrics NDT Applications, edited by Panametrics Inc. MA, USA, no. 2, October 1996.
- [10] A. Roca, J. Llumà, J. Jorba, N. Llorca-Isern, Materials Science Forum, 2010, 638-642, p 1772-1777.